

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-271921

(43)Date of publication of application : 19.10.1993

(51)Int.Cl.

C23C 14/34

B22F 1/02

C23C 14/00

(21)Application number : 04-097377

(71)Applicant : NISSHIN STEEL CO LTD

(22)Date of filing : 25.03.1992

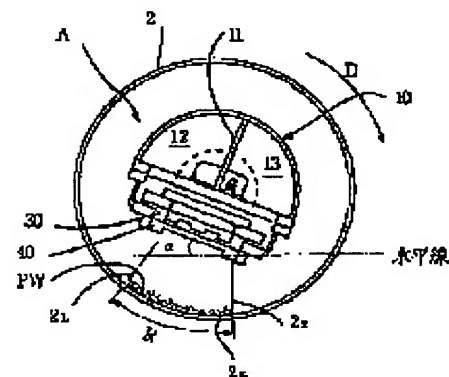
(72)Inventor : TAKESHIMA EIKI
ITSUNOI KAORU
JOKURA TAKASHI

(54) POWDER COATING DEVICE

(57)Abstract:

PURPOSE: To distribute raw material powder charged into a rotary drum so as to be adequate for sputtering by adjusting the surface roughness of the inside surface of the drum at the time of executing powder coating with the sputtering device disposed in the rotary drum.

CONSTITUTION: The rotary drum 2 adjusted to surface roughness $Ra=50$ to $300\mu m$ of the inside surface is used and the sputtering device A is disposed in the rotary drum 2. The sputtered particles flying from a target plate 40 arrive at the inside surface of the drum in an effective sputtering region R. The charged powder raw materials PW are distributed in a distribution range $2R-2L$ nearly coincident with the effective sputtering range R by the adjustment of the surface roughness Ra at the time of rotating the rotary drum 2 in a rotating direction D.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 08.07.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3076663

[Date of registration] 09.06.2000

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of extinction of right] 09.06.2003

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-271921

(43)公開日 平成5年(1993)10月19日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 2 3 C 14/34		8414-4K		
B 2 2 F 1/02	A			
C 2 3 C 14/00		8520-4K		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-97377

(22)出願日 平成4年(1992)3月25日

(71)出願人 000004581

日新製鋼株式会社

東京都千代田区丸の内3丁目4番1号

(72)発明者 竹島 鋭機

千葉県市川市高谷新町7番地の1 日新製
鋼株式会社新材料研究所内

(72)発明者 五ノ井 薫

千葉県市川市高谷新町7番地の1 日新製
鋼株式会社新材料研究所内

(72)発明者 城倉 貴史

千葉県市川市高谷新町7番地の1 日新製
鋼株式会社新材料研究所内

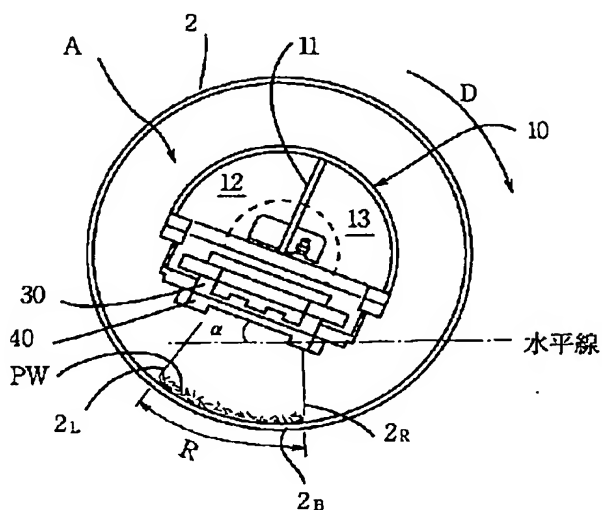
(74)代理人 弁理士 小橋 信淳 (外1名)

(54)【発明の名称】 粉末コーティング装置

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 回転ドラム内に配置したスパッタリング装置で粉末コーティングする際、ドラム内面の表面粗さを調整することにより、回転ドラムに装入される原料粉末をスパッタリングに好適な分布にする。

【構成】 内面の表面粗さ $Ra=50\sim300\mu m$ に調整した回転ドラム2を使用し、回転ドラム2の内部にスパッタリング装置Aを配置する。ターゲットプレート40から飛翔するスパッタ粒子は、有効スパッタリング領域Rのドラム内面に到達する。表面粗さ Ra の調整により、装入した粉末原料PWは、回転ドラム2を回転方向Dに回転させるとき、有効スパッタリング領域Rにほぼ一致した分布範囲 $2R-2L$ で分配される。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 コーティングされる原料粉末が装入される回転ドラムと、該回転ドラムの内部に軸方向に配置したスパッタリング装置とを備え、前記回転ドラムの内周面を表面粗さ Ra $50 \sim 300 \mu m$ に調整していることを特徴とする粉末コーティング装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、円筒ドラムの内部に装入された原料粉末にスパッタリングによってコーティングを施す際、個々の粉末粒子に対して均一にスパッタ粒子が被着するように原料粉末を回転ドラム内に分配する粉末コーティング装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 金属、セラミックス、プラスチック等の粉末粒子に金属皮膜、無機質皮膜等を形成すると、当初の粉末粒子と異なる特性を与えることができる。たとえば、タングステン粒子、ダイヤモンド粒子等に銅を被覆すると、焼結性が向上し、熱伝導性に優れた焼結体を得られる。また、銅被覆した粉末は、電磁シールド用のフィラーとしても使用される。

【0003】 粉末粒子にコーティングを施す手段としては、粉末を懸濁状態にして電気めっき又は無電解めっきを行う方法、流動状態にした粉末に対しスパッタリングによって所定の皮膜を形成する方法等が知られている。本発明者等も、スパッタリングによって粉末をコーティングする装置として、回転ドラムを使用したスパッタリング装置を特開平2-153068号公報で紹介した。

【0004】 この粉末コーティング装置は、図1に示すように、コーティング前の粉末粒子Pが収容された減圧加熱処理室1を、スパッタリング源3を内蔵した回転ドラム2に接続している。

【0005】 粉末粒子Pは、加熱コイル1aを備えた容器1bに収容されており、モータ1cで駆動されるスクリュューフィーダ1dにより、供給導管1eを経て回転ドラム2の内部に供給される。供給導管1eは、回転ドラム2の一側端面に設けた軸受け2fで支持されている。また、回転ドラム2の内部に不活性ガスを送り込むため、供給導管1eと同心円状にガス導入管1gが設けられている。

【0006】 回転ドラム2は、駆動ロール2a及び従動ロール2bで支持されている。駆動ロール2aは、モータ2cから動力を受け、回転ドラム2を水平軸回りに回転させる。スパッタリング源3は、供給導管1eが挿入された端面とは反対側の端面（図2では右側）で軸受け3aで気密支持されたアーム3bによって回転ドラム2内に固定配置されており、回転ドラム2の軸方向長さより若干短いターゲットプレート3cを斜め下向きに配置している。

【0007】 供給導管1eから回転ドラム2の軸方向端

部に供給された粉末粒子Pは、回転ドラム2の回転に伴ってドラム軸全長に分配され、回転ドラム2の内側底面上を流動する。Ar等のプラズマによる衝撃でターゲットプレート3cからコーティング材料が叩き出され、回転ドラム2内を飛翔して流動状態にある粉末粒子Pに被着する。所定の被覆層が形成されたとき、回転ドラム2を開放してコーティングされた粉末粒子Pを取り出す。

【0008】 また、生産能力を上げた粉末コーティング装置として、図2に示すように真空チャンバー4の両側にターゲットプレート駆動ユニット5及びドラム駆動ユニット6をガイドレール5a、5bに沿って退避可能に配置した装置を開発した。ターゲットプレート駆動ユニット5は、図1に示したものと同様なスパッタリング源3を片持ち支持する。ドラム駆動ユニット6は、真空チャンバー4内の駆動軸と噛み合い、真空チャンバー4の内部で回転ドラム2を回転させる駆動軸を備えている。

【0009】 ターゲットプレート駆動ユニット5及びドラム駆動ユニット6は、それぞれの前進位置で気密継ぎ手5b、6aを介し真空チャンバー4に接続される。ガイドレール6aが移動架台6cの上面に設けられているため、ドラム駆動ユニット6は、真空チャンバー4から後退するX方向、更に直交するY方向に移動する。

【0010】 図2に示した初期位置P₀で回転ドラム2の内部を清浄化し、スパッタリングされる原料粉末を仕込んだ後、移動架台6cの走行によって回転ドラム2及びドラム駆動ユニット6を真空チャンバー4の軸線に一致する待機位置P₁まで移動させる。次いで、ターゲットプレート駆動ユニット5及びドラム駆動ユニット6を作動位置P₂に進ませ、気密継ぎ手5b、6bを介して真空チャンバーに接続する。

【0011】 真空チャンバー4の内部を真空系7のロータリポンプ7a及び拡散ポンプ7bによって真空引きした後、真空チャンバー4の内部で回転ドラム2を回転させながら、スパッタリングによって原料粉末に所定のコーティングを施す。そして、待機位置P₁を経て初期位置P₀に送り、コーティングされた粉末を回転ドラム2から取り出す。この方式によると、大径の回転ドラム2を使用することができ、生産能力を向上させることができる。

【0012】

【発明が解決しようとする課題】 回転ドラム2を使用して原料粉末をスパッタリングするとき、均一なコーティング層を形成するためには、個々の粉末粒子を回転ドラム2内に薄く広く分配することが要求される。たとえば、装入された原料粉末が回転ドラム2の内側底部に厚い流動層を形成する状態で回転ドラム2が回転するとき、ターゲットプレート3cから飛翔するスパッタ粒子は、流動層上部にある粉末粒子に被着するのみで、下部の粉末粒子に対するコーティングが行われない。

【0013】 逆に、回転ドラム2の内面に対する原料粉

末の付着力が大きく、装入された原料粉末が回転ドラム2の回転に伴って循環されると、スパッタ粒子が飛翔する領域の外に運ばれる原料粉末の割合が多くなる。そのため、原料粉末のコーティングに使用されるスパッタ粒子が減少し、スパッタリング効率を低下させる。

【0014】本発明は、このような問題を解消すべく案出されたものであり、回転ドラム内面の表面粗さを調整することにより、装入された原料粉末をスパッタリングに好適な分布で回転ドラム内部に分散させ、効率よく原料粉末のコーティングを行うことを目的とする。

【0015】

【課題を解決するための手段】本発明の粉末スパッタリング装置は、その目的を達成するため、コーティングされる原料粉末が装入される回転ドラムと、該回転ドラムの内部に軸方向に配置したスパッタリング装置とを備え、前記回転ドラムの内周面を表面粗さ Ra 50～300 μm に調整していることを特徴とする。

【0016】

【作 用】回転ドラムを使用した粉末コーティング装置において、装入された原料粉末を効率よくコーティングするためには、回転ドラム内でスパッタリングに適した分布で原料粉末を分配することが必要である。

【0017】本発明者等は、先ず回転ドラム内で原料粉末の流動性を高めるため、内面を鏡面仕上げした回転ドラムに試験用粉末を装入し、回転ドラムを回転させた。この場合、回転ドラムの内面が平滑であるため試験用粉末の滑りが大きく、ドラム軸方向に幅狭の比較的厚い原料粉末の流動層が回転している回転ドラムの底部に形成された。また、回転ドラムと共回りして持ち上げられる原料粉末はごく僅かであった。このような粉末流動層に対してスパッタリングを行うとき、スパッタ粒子は流動層上層部のみに被着し、下層部の原料粉末にはスパッタリングの作用が及ばなかった。

【0018】そこで、回転ドラムの回転に伴って回転ドラムの内面に付着した状態で回転方向に上昇する原料粉末を多くするため、内面に突起や凹凸を形成した回転ドラムを使用した。この場合、突起や凹凸に受け止められて回転方向に上昇する原料粉末の割合が多くなったものの、持ち上げられた原料粉末がスパッタリング装置の上面に落下する割合も多くなった。スパッタリング装置の上面に落下・堆積した原料粉末は、振動、衝撃等の外力が加わったとき、スパッタリング装置から回転ドラムの内側底部に落下した。この原料粉末は、スパッタリングに晒されていないため、コーティング層がほとんど形成されていない。そのため、当初から回転ドラムの内側底部にある原料粉末に混入することにより、個々の粉末粒子に施されたコーティング層のバラツキが大きくなった。

【0019】このような研究の結果、最適分布で原料粉末を回転ドラムの内側底部に分配させるためには、回転

ドラム内面の表面粗さを Ra 50～300 μm に調整することが効果的であることを見出した。表面粗さの調整は、突起、凹凸等の形成のように余分な工程を必要としないため、所与の回転ドラムを作製する上でも有効な手段である。

【0020】回転ドラム内面の表面粗さを Ra 50～300 μm の範囲に調整するとき、スパッタリング装置のターゲットプレートから飛翔するスパッタ粒子がドラム内面に到達する領域とほぼ一致する範囲にわたって、装入された粉末原料を薄く広く分配することができる。表面粗さが Ra 50 μm 未満であると、鏡面仕上げした場合と同様な欠陥が発生する。他方、表面粗さが Ra 300 μm を超えると、ドラム内面に機械的に絡み合っただけで回転ドラムに共回りする原料粉末が多くなり、突起や凹凸を形成した回転ドラムと同様な問題を生じる。

【0021】

【実施例】本実施例においては、図3及び図4に示す断面構造を持つスパッタリング装置Aを使用した。このスパッタリング装置Aは、回転ドラム2と同心円状に形成した半円筒状のケーシング10を備えている。ケーシング10の内部には、補強プレート11により二分され、断熱・絶縁層として働く空洞部12、13が形成されている。

【0022】ケーシング10の両端縁部には、取付け金具14、15が固定されている。取付け金具14、15を介して、ハウジング20がケーシング10に固定される。ハウジング20は、両側縁に支持プレート21、22を垂直下方に突出させている。取付け金具14、15に絶縁材を組み込み、或いは支持プレート21、22を絶縁性とすることにより、バックアッププレート30から電氣的に遮断する。

【0023】バックアッププレート30は、支持プレート21及び22に挟持される。バックアッププレート30の裏面に、マグネット31～33を収容する複数の凹部が形成されている。また、マグネット31～33から外部に磁束が漏洩しないように、磁気シールド34、35が二重に組み込まれている。バックアッププレート30の表面側には、押え金具41、42によりターゲットプレート40が取り付けられている。バックアッププレート30は、スパッタリング中に昇温するターゲットプレート40を抜熱・冷却するため、銅、銅合金等の熱伝導性の良好な材料で作られている。

【0024】バックアッププレート30の裏面側には、水冷機構50が配置される。水冷機構50は、プレート51と52との間に冷却水通路53を形成している。プレート51は、絶縁体54を介してバックアッププレート30に固定される。スパッタリング中、ケーシング10及び水冷機構50を大地電位とし、外部電源からバックアッププレート30を介して高電圧がターゲットプレート40に印加される。

【0025】ターゲットプレート40として、幅150mm、ドラム軸方向長さ1270mmのTi板を使用した。ターゲットプレート40の中心線から回転ドラム2の内面までの距離を170mmに設定し、水平線とターゲットプレート40との間の角度 α が30度となるように、内径600mm及び軸方向長さ1400mmの回転ドラム2内にスパッタリング装置Aを傾斜配置した。このとき、ターゲットプレート40からスパッタ粒子がドラム内面に到達する有効スパッタリング領域Rは、回転ドラム2の内面円周方向に沿って500mmの範囲にある。

【0026】他方、原料粉末PWを装入した回転ドラム2を回転させると、回転方向Dの力が原料粉末Pに作用する。そのため、原料粉末Pは、図3において回転ドラム2の最下点2Bを中心として右側では比較的狭い幅 $2B-2R$ で、左側では比較的広い幅 $2B-2L$ で回転ドラム2の内側底部に分配された。この原料粉末PWの分布範囲 $2R-2L$ が有効スパッタリング領域Dに一致するとき、最もスパッタリング効率が良くなることが予想される。

【0027】原料粉末PWの分布範囲 $2R-2L$ は、ドラム内面の表面粗さに大きく影響されることは前述した通りである。そこで、内径600mmの回転ドラム2に平均粒度 $20\mu\text{m}$ のマイカ粉末を装入し、1.2r.p.m.で回転ドラム2を回転させる条件下で、内面の表面粗さRaを種々変えた回転ドラムを使用し、原料粉末PWの分布範囲 $2R-2L$ に与える表面粗さRaの影響を調査した。

【0028】調査結果を示す図5から明らかなように、表面粗さRaを $50\sim 300\mu\text{m}$ の範囲に維持するとき、原料粉末PWの分布範囲 $2R-2L$ が $400\sim 600\text{mm}$ となり、有効スパッタリング領域Dに一致させることができた。しかし、表面粗さRaが $50\mu\text{m}$ 未満になると、原料粉末がドラム内面を過度に滑り易くなり、原料粉末PWは回転ドラム2の最下点2Bを含む極狭い範囲に分配された。この条件下では、有効スパッタリング領域Dに対応する分布範囲 $2R-2L$ が得られなかった。他方、ドラム内面が表面粗さRa $300\mu\text{m}$ を超えて粗くなったとき、粉末原料PBの分布範囲 $2R-2L$ が有効スパッタリング領域Dを大幅に超えるようになった。また、回転ドラム2に共回りした原料粉末PWがスパッタリング装置Aの上面に落下する現象がみられた。

【0029】次いで、粉末原料PBの分布範囲 $2R-2L$ がスパッタリングに与える影響を調査した。回転ドラム2としては、何れも内径が600mm及び有効軸方向長さ1400mmで、表面粗さをRa $=30\mu\text{m}$ 、Ra $=150\mu\text{m}$ 及びRa $=500\mu\text{m}$ に調整した3種類のドラムを使用した。また、原料粉末PWとしては、平均粒度 $10\mu\text{m}$ のアルミナ粉末を5kg使用した。

【0030】原料粉末PWを装入した回転ドラム2を真

空チャンバー4（図2参照）内にセットし、2極マグネトロン方式によるスパッタリング（電力30kW、直流）を真空度 $1\times 10^{-2}\text{Pa}$ の減圧雰囲気中で10時間継続した。スパッタリング後、回転ドラム2から原料粉末PWを取り出し、個々の粉末粒子に施されたコーティング層の厚み及びバラツキを調べた。

【0031】調査結果を示す図6から明らかなように、表面粗さをRa $=150\mu\text{m}$ に調整した回転ドラムを使用した本発明例では、平均 $0.20\mu\text{m}$ のコーティング層が個々の粒子表面に形成されていた。また、コーティング層の厚みは $0.15\sim 0.25\mu\text{m}$ の範囲に収められ、実質的にバラツキのないコーティング層が得られていることが判る。これは、装入された原料粉末PWの分布範囲 $2R-2L$ が有効スパッタリング領域Rにほぼ等しくしたことにより、個々の粉末粒子が等しくスパッタ粒子の飛翔に晒されたことに原因があると推察される。

【0032】これに対し、表面粗さRa $=30\mu\text{m}$ と平滑な内面をもつ回転ドラムを使用した比較例では、平均 $0.16\mu\text{m}$ のコーティング層が形成されているものの、約20%の割合で原料粉末PWがコーティングされないままの状態であった。これは、前述したように回転ドラム2の内側底部に原料粉末が幅狭で比較的厚い流動層を形成し、スパッタ粒子が流動層の上層部にある粉末粒子に優先的に被着した結果である。

【0033】逆に、表面粗さRa $=500\mu\text{m}$ と粗い内面をもつ回転ドラムを使用した比較例では、平均 $0.12\mu\text{m}$ のコーティング層が形成されているものの、約30%の割合で原料粉末PWがコーティングされないままの状態であった。これは、装入された原料粉末PWの分布範囲 $2R-2L$ が有効スパッタリング領域Rを大きく超えて広がると共に、回転ドラム2に共回りしてスパッタリング装置Aの上面に落下・堆積した粉末がコーティングされた粉末粒子に混入して取り出されたことに原因があるものと推察される。

【0034】以上に説明したように、ドラム内面を表面粗さRa $:50\sim 300\mu\text{m}$ に調整するとき、回転ドラム2に装入される原料粉末PWの分布範囲 $2R-2L$ を有効スパッタリング領域Rにほぼ等しく設定し、スパッタリングを効率よく行うことが可能となる。また、この条件下でスパッタリングした粉末粒子には、図6の対比から明らかなように短時間で比較的厚いコーティング層が形成されている。

【0035】回転ドラム2に装入される原料粉末PWの分布範囲 $2R-2L$ は、回転ドラム2の内径や回転速度、原料粉末PWの粒径や形状等によっても当然変わる。しかし、これらの作業条件は、使用する原料粉末や設備規模等に応じて定まる。そこで、表面粗さRa $:50\sim 300\mu\text{m}$ に調整した回転ドラムを使用するとき、標準作業における原料粉末PWの分布範囲 $2R-2L$ 及び有効スパッタリング領域Rを予め求めておき、分布範

図 2_R - 2_L が有効スパッタリング領域 R に一致するように操業条件を定めることが好ましい。たとえば、使用する原料粉末 PW の粒径や形状等に応じて回転ドラム 2 の回転速度を制御することによって、分布範囲 2_R - 2_L を有効スパッタリング領域 R に一致させることができる。

【0036】

【発明の効果】以上に説明したように、本発明においては、スパッタリング反応が行われる回転ドラムの内面を表面粗さ R_a 50 ~ 300 μm に調整することにより、ターゲットプレートから飛翔するスパッタ粒子を効率よく個々の粉末粒子に被着させている。そのため、均一なコーティング層が形成された粉末が得られると共に、コーティング層の厚みにバラツキが少なく、しかもスパッタリング時間の短縮も図られる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明者等が先に提案した小規模の粉末コー

ティング装置

【図 2】 本発明者等が開発した大規模の粉末コーティング装置

【図 3】 大規模粉末コーティング装置において回転ドラム内にスパッタリング装置を配置した状態

【図 4】 同スパッタリング装置の断面図

【図 5】 回転ドラム内面の表面粗さが原料粉末の分布範囲に与える影響を表したグラフ

【図 6】 粉末粒子表面に形成されたコーティング層の厚み及びバラツキに回転ドラム内面の表面粗さが与える影響を表したグラフ

【符号の説明】

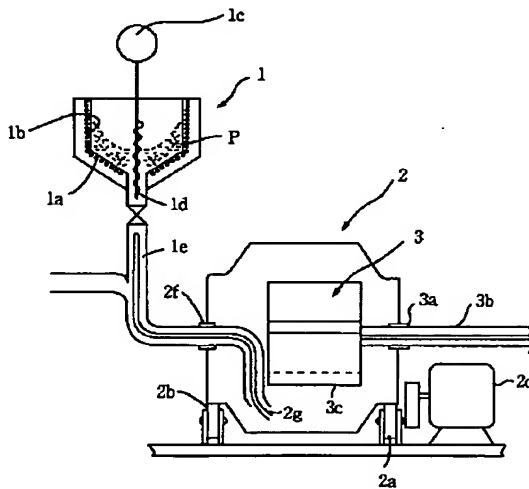
2 回転ドラム A コーティング装置 R 有効

コーティング領域

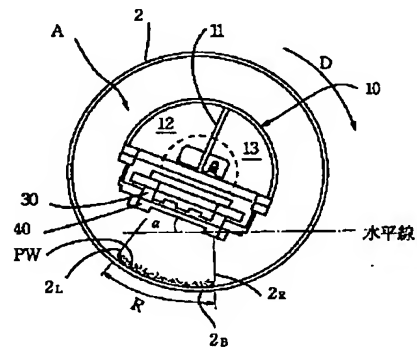
PW 原料粉末 D 回転ドラムの回転方向

2_R - 2_L 回転ドラムに装入された原料粉末の分布範囲

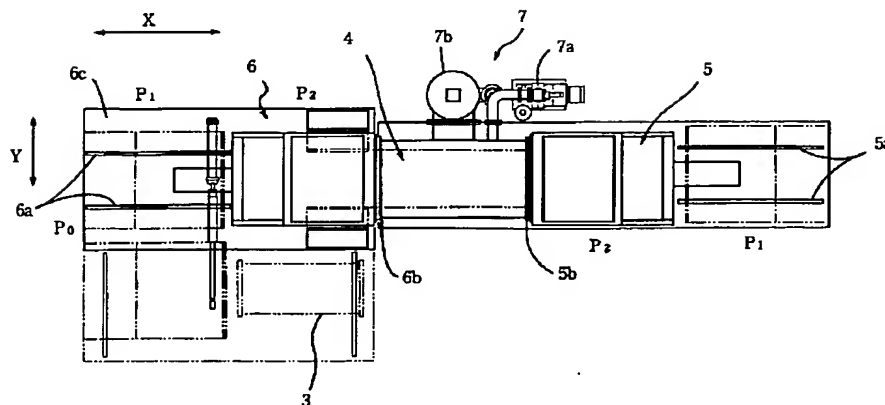
【図 1】



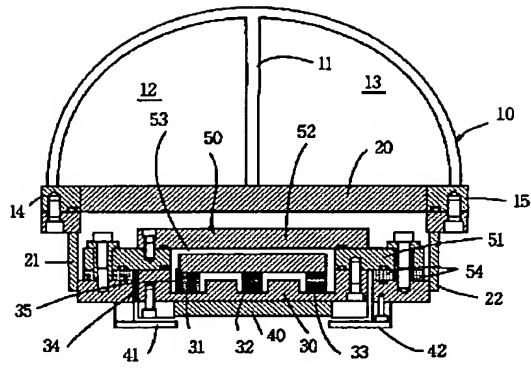
【図 3】



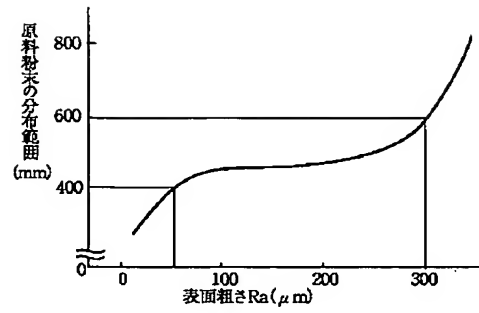
【図 2】



【図 4】



【図 5】



【図 6】

